

エネルギーフィルター型電子顕微鏡法による局所領域の元素および結合状態分析法の研究

著者	木本 浩司
号	41
学位授与番号	1110
URL	http://hdl.handle.net/10097/38591

氏名・（本籍）	きもとこうじ 木 本 浩 司
学 位 記 番 号	理 第 1 1 1 0 号
学位授与年月日	平 成 10 年 1 月 28 日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項該当
研究科，専攻	平成元年3月25日 名古屋大学大学院工学研究科 （博士課程前期2年の課程）応用物理学専攻修了
学 位 論 文 題 目	エネルギーフィルター型電子顕微鏡法による局所領域の元素 および結合状態分析法の研究
論 文 審 査 委 員	（主査）教 授 田 中 通 義 教 授 末 澤 正 志, 教 授 新 関 駒二郎

論 文 目 次

- 第1章 序 論
- 第2章 電子エネルギー損失分光法
- 第3章 エネルギーフィルター型電子顕微鏡の製作
- 第4章 高空間分解能元素分布分析法の開発
 - 4. 1 元素分布分析の高空間分解能化
 - 4. 2 元素分布分析の定量化
- 第5章 CoCr, CoCrTaおよびCoCrPt合金への応用
- 第6章 化学結合状態分析法の開発
- 第7章 結 論

論 文 内 容 要 旨

本論文は、エネルギーフィルター型電子顕微鏡（Energy-Filtering Transmission Electron Microscope: EF-TEM）法によるナノメートル領域の材料評価手法の開発と、先端材料への適用に関する研究をまとめたものである。以下、章ごとにその概要を述べる。

第1章 序 論

本研究が行なわれた背景と、その目的を示した。

第2章 エネルギー損失分光法

本論文の主題であるEF-TEM法の基本となる、電子エネルギー損失分光法（EELS）の基礎（電子との相互作用）について述べるとともに、EF-TEM法の原理を整理した。

第3章 エネルギーフィルター型電子顕微鏡の製作

EF-TEM法には高輝度かつエネルギー幅の小さな電子源が必要であることに着目し、電界放出型の電子顕微鏡とエネルギーフィルターとを組み合わせた装置をはじめて製作し、基本性能を測定した。特に同装置に必要となるシャッターは、従来とは異なる新しい2つの方式((i)複コイル式、(ii)アクチュエーター式)を考案・製作し、高速((i)2ms, (ii)20ms)かつ低振動動作を実現した。

第4章 高空間分解能元素分布分析法の開発

4.1 元素分布分析の高空間分解能化

非弾性散乱電子による像の空間分解能を決定する因子((i)対物レンズの収差、(ii)非弾性散乱の非局在化因子など)について考察し、1nmの高空間分解能で観察するための測定条件を明らかにした。次に金属多層膜を用い、考察に基づき測定することにより、約1nmの高空間分解能で元素分布分析ができることを実験的に示した。

4.2 元素分布分析の定量化

従来は行われていなかった元素分布像の定量化について検討した。元素分析の定量精度は、主に多重散乱(非弾性散乱+弾性散乱)によって低下することがわかった。試料膜厚を2次元的に計測することにより、従来手法と同程度の精度で2次元の元素分布分析が定量化できることを実験的に初めて示した。

第5章 CoCr, CoCrTaおよびCoCrPtへの応用

磁気記録媒体として近年盛んに研究されているCoCr系合金へ元素分布分析法を適用し、同材料の磁気物性の発現機構を微視的観点より明らかにした。まず、従来は磁気特性などから推察されていたCoCr合金中の組成分離現象を、元素分布像として定量的にはじめて観察した。さらに、成膜条件(基板温度、成長膜厚)や添加元素(Ta, Pt)により変化するCoCr系合金の磁気特性が、膜中の組成分離の変化として説明できることを明らかにした。

第6章 化学結合状態分析法の開発

化学結合状態の変化により生じるケミカルシフトを分析するため、従来とは異なる(i)位置分解型EELS法と、(ii)複数のエネルギーフィルター像を用いるEF-TEM法の2つの方法を検討した。前者(i)では新たに視野スリットを製作・導入するとともに、エネルギーフィルターの収束条件を変更することにより、異なる位置のスペクトルを同時に分析できるようになり、従来よりも高いエネルギー精度(1eV \rightarrow \pm 0.1eV)でケミカルシフトが測定できた。後者(ii)では非常に狭いエネルギースリット幅(1.8eV)で複数(12枚)のエネルギーフィルター像を取得し、位置とエネルギーロスからなる3次元情報をデーター処理することにより、ケミカルシフト量を2次元画像化できる方法を開発した。

第7章 結 論

本研究で得られた結果を整理するとともに、今後の課題として、(a)空間分解能の向上、(b)エネルギー分解能の向上、(c)元素分析の高感度化、および(d)分子軌道計算との比較による詳細な化学結合状態の評価、などが期待されることを指摘した。

論文審査の結果の要旨

木本浩司提出の論文は、エネルギーフィルター型電子顕微鏡(Energy-Filtering Transmission Electron Microscope : EF-TEM)法を用いてナノメーター領域の材料評価手法を開発し、それを先端材料の評価に適用したものである。

EF-TEM法には高輝度かつエネルギー幅の小さな電子源が必要であることに着目し、電界放出型の電子顕微鏡とポストコラム型のエネルギーフィルターとを組み合わせた装置をはじめて製作し、基本性能を測定した。非弾性散乱電子による像の空間分解能を決定する因子について考察し、1nmの高空間分解能で観察するための測定条件を明らかにした。金属多層膜を用い、約1nmの高空間分解能で元素分布分析ができることを実験的に示した。さらに、従来は行われていなかった元素分布像の定量化について検討した。元素分析の定量精度は、おもに多重散乱によって低下することを明らかにし、定量的な2次元元素分布像をはじめて得た。この方法を磁気記録媒体であるCoCr系合金へ適用し、同材料の磁気物性の発現機構を微視的観点より明らかにした。すなわち、磁気特性などから推察されていたCoCr合金中の組成分離現象を、元素分布像として定量的にはじめて観察した。さらに、成膜条件および添加元素により変化するCoCr系合金の磁気特性が組成分離の変化として説明できることを明らかにした。化学結合状態を観察する手法として、新たに(i)複数のエネルギーフィルター像を用いるEF-TEM法と(ii)位置分解型EELS法の2つの方法を検討した。(i)では狭いエネルギースリット(1.8eV)で12枚のエネルギーフィルター像を取得し、試料上の位置とエネルギーロスからなる3次元情報を画像処理することにより、ケミカルシフトを2次元的に画像化する方法を開発した。(ii)ではエネルギーフィルターの収束条件を変更することなどにより、1次元的に異なる位置のスペクトルを同時に分析することを可能にし、さらに高いエネルギー精度(1eV→±0.1eV)でケミカルシフトを測定することに成功した。

以上の結果は、電子顕微鏡法による新しい局所分析法を開発しそれを材料科学へ応用したもので、局所分析法に極めて重要な貢献をした価値の高いものである。すなわち著者が自立して研究活動を行うに足る高度な研究能力と学識を有することを示している。したがって木本浩司提出の論文は、博士(理学)の学位論文として合格と認める。